

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 474 719**

51 Int. Cl.:

C04B 28/26 (2006.01)

C03C 17/42 (2006.01)

C09D 1/02 (2006.01)

B32B 17/00 (2006.01)

C04B 111/28 (2006.01)

C04B 111/80 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.02.2009 E 09718718 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.04.2014 EP 2252561**

54 Título: **Elemento translúcido protector contra el calor que contiene dióxido de silicio modificado con aluminato o borato**

30 Prioridad:

10.03.2008 CH 354082008

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

09.07.2014

73 Titular/es:

**VETROTECH SAINT-GOBAIN (INTERNATIONAL)
AG (50.0%)**

Bernstrasse 41-43

3175 Flamatt, CH y

**AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.
(50.0%)**

72 Inventor/es:

PANTKE, DIETRICH;

PUPPE, LOTHAR;

MELZER, HARTMUT;

SCHMITZ, PETER-NIKOLAUS;

SCHWANKHAUS, NORBERT y

GELDERIE, UDO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 474 719 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Elemento translúcido protector contra el calor que contiene dióxido de silicio modificado con aluminato o borato

La invención se refiere a un elemento translúcido protector contra el calor con al menos dos elementos de soporte y al menos una capa protectora transparente dispuesta entre dos elementos de soporte, la cual comprende un producto de reacción que contiene una solución acuosa de silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato, así como un procedimiento para su preparación.

El documento DE-A 2 414 575 describe paneles de vidrio que apantallan el fuego, los cuales contienen una capa inhibidora del fuego que comprende una membrana de material sintético, la cual al menos por una cara presenta una capa que contiene un material formador de barrera. Este material puede ser eventualmente un aluminato o un silicato alcalino. El objeto de este material es que la(s) capa(s) en caso de calentamiento se vuelvan impermeables a la radiación infrarroja, puesto que este material forma barreras térmicamente aislantes.

El documento US 4,190,698 describe paneles translúcidos protectores contra incendios que contienen al menos una capa secada, constituida por silicatos de metales alcalinos hidratados y uno o varios coadyuvantes tales como, por ejemplo, urea, alcoholes polivalentes, sílice coloidal o aluminato de sodio. En el caso de utilizar sílice coloidal y aluminato de sodio se consigue un módulo menor que 4. El objeto de la adición de los coadyuvantes es que la resistencia mecánica de la capa y, con ella, la del panel protector contra incendios, mejora en caso de incendio. Una desventaja en la preparación de estos paneles protectores contra incendios es que es necesaria una evaporación del agua de la formulación original, complicada desde el punto de vista técnico de producción. La capa protectora contra incendios, secada, se forma por vertido sobre una superficie abierta y secado subsiguiente, y no se puede formar en espacios huecos cerrados. También es conocido, que la adición de aluminato de sodio a la capa protectora da lugar a precipitaciones y, con ello, como otra desventaja más, a un rápido enturbiamiento de la capa protectora.

El documento WO-A 2004/014813 describe la preparación de elementos protectores contra el calor en base de una solución constituida por vidrio soluble y un aluminato, teniendo que neutralizarse parcialmente el aluminato, antes de la adición a la solución de silicato, con ácidos orgánicos tales como el ácido cítrico. Si no tiene lugar ninguna neutralización parcial del aluminato, entonces no se obtiene ninguna solución estable de vidrio soluble y aluminato. Una desventaja en la preparación de estos elementos protectores contra el calor es que es necesaria una evaporación del agua de la formulación original de los elementos protectores contra el calor, complicada desde el punto de vista técnico de producción.

En el documento WO-A 94/04355 se describe la preparación de un elemento translúcido de protección contra el calor con al menos un elemento de soporte y una capa protectora de un silicato alcalino que contiene agua. Tales elementos translúcidos protectores contra el calor encuentran aplicación, por ejemplo, para la producción de vidrios protectores contra incendios. Un componente esencial de los elementos protectores contra el calor es la capa protectora de silicato alcalino que contiene agua, la cual se origina por reacción de un silicato alcalino y un "cuasisol" de ácido silícico en una relación de mezcla tal, que la relación molar de dióxido de silicio a la cantidad total de óxido de metal alcalino, el así denominado módulo, es mayor que 4 : 1. Este componente de sol de sílice se emplea en este caso como endurecedor del silicato alcalino. Por el endurecimiento con soles de sílice se puede renunciar a la evaporación de agua de la formulación original de la capa, complicada desde el punto de vista técnico de producción, tal como es necesaria en el caso de otras capas protectoras conocidas.

Sin embargo, una desventaja en las capas protectoras de silicato alcalino que contiene agua y sol de sílice como endurecedor conforme al documento WO-A 94/04355 es su tendencia al enturbiamiento en el transcurso del tiempo de empleo. Esto es especialmente válido por la acción de temperaturas superiores a 20°C, mucho más persistente en los meses de verano, la cual puede acelerar el proceso de enturbiamiento.

Imágenes por microscopio electrónico confirman que el enturbiamiento de la capa protectora de silicato alcalino es provocado por un proceso de cristalización. Tal como es sabido, las adiciones de óxidos de los elementos del III grupo principal del sistema periódico, como especialmente óxido de boro u óxido de aluminio, fomentan los procesos de cristalización en los vidrios, y según esto, conforme a lo esperado, deberían acelerar el enturbiamiento de vidrios.

Existía por lo tanto una necesidad de elementos translúcidos protectores contra el calor, así como de materiales para su utilización como capa protectora en estos elementos protectores contra el calor, los cuales presentarían una transparencia y resistencia al envejecimiento elevadas. Además, la masa de partida para la capa protectora debe tener capacidad de fluencia y ser adecuada para su vertido en espacios huecos y, dentro de un tiempo comedido, endurecer a continuación formando la capa protectora.

Por lo tanto, el cometido de la presente invención consistía en poner a disposición tales elementos protectores contra el calor, así como los materiales para su utilización como capa protectora en estos elementos protectores contra el calor.

Este problema se solucionó sorprendentemente porque la capa protectora comprende un producto de reacción que contiene una solución acuosa de silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato, presentando este producto de reacción un módulo (relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino) de 4 a 7. Una adición de ácidos orgánicos conforme al documento WO-A 2004/014813 no es aquí necesaria.

Por consiguiente, objeto de la presente invención es un elemento translúcido protector contra el calor con al menos dos elementos de soporte y al menos una capa protectora transparente dispuesta entre dos elementos de soporte, la cual comprende un producto de reacción que contiene una solución acuosa de silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato, caracterizada porque el producto de reacción presenta un módulo de 4 a 7.

5 Como solución acuosa de silicato alcalino se puede emplear vidrio soluble, preferentemente vidrio soluble de potasio.

El dióxido de silicio adecuado en el marco de la invención se puede incorporar en las capas protectoras, por ejemplo en forma de dióxido de silicio de precipitación, gel de sílice, dióxido de silicio pirogénico o soles de sílice, o se puede prepara a partir de ellas. Se prefiere la utilización de dióxido de silicio pirogénico o de soles de sílice y, de modo particularmente preferido, de soles de sílice. El dióxido de silicio que contiene agua se prepara preferentemente a partir de suspensiones, soles o geles estables, así como de soluciones coloidales, respectivamente de coloides dispersos tales como, por ejemplo, soles de ácido silícico (soles de sílice), de tales formas del dióxido de silicio. Al experto en la materia le son conocidos los soles de sílice y su preparación. Los soles de sílice son obtenibles comercialmente y a modo de ejemplo se citan aquí los productos obtenibles bajo el nombre comercial Levasil® de la sociedad H. C. Starck GmbH.

Los soles de sílice representan soluciones coloidales de dióxido de silicio amorfo en agua, los cuales también se denominan soles de dióxido de silicio, pero en general abreviadamente soles de sílice. El dióxido de silicio se presente en este caso en forma de partículas esféricas e hidroxiladas en superficie. El diámetro de partícula de las partículas coloidales es por lo regular de 1 a 200 nm, situándose la superficie BET específica (determinada según el método de G. N. Sears, Analytical Chemistry vol. 28, nº 12, 1981.1983, diciembre 1956) correspondiente al tamaño de las partículas en 15 a 2000 m²/g. La superficie de las partículas de SiO₂ presenta una carga que se equilibra por un correspondiente ión conjugado, lo que conduce a la estabilización de la solución coloidal.

Los soles de sílice adecuados conforme a la invención presentan un valor del pH de 7 a 11,5 y, como agente de alcalinización, contienen por ejemplo pequeñas cantidades de Na₂O, K₂O, Li₂O, amoníaco, bases orgánicas nitrogenadas, hidróxidos de tetraalquilamonio o aluminatos alcalinos o de amonio. Bajo los valores del pH indicados, se han de entender, siempre que no se caracterice de otro modo, valores de pH que se determinan a 25°C. Las concentraciones de sustancias sólidas de soles de sílice adecuados se sitúan preferentemente en 5 a 60 por cien en peso (% en peso) de SiO₂.

En el marco de la invención el dióxido de silicio modificado con aluminato, especialmente sol de sílice modificada por aluminato, se puede preparar, por ejemplo por adición, bajo agitación, de una adecuada cantidad de iones aluminato, Al(OH)₄⁻, al dióxido de silicio. La solución de iones aluminato es adecuadamente una solución diluida de aluminato de sodio o de aluminato de potasio. Las partículas de dióxido de silicio presentan adecuadamente aproximadamente 0,05 a aproximadamente 2, de preferencia aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2 átomos de Al/nm² de superficie de las partículas de dióxido de silicio. Las partículas de dióxido de silicio modificadas por aluminato comprenden iones aluminato incorporados o intercambiados, creando puntos en el aluminosilicato con una carga de superficie negativa, fija. Las partículas de dióxido de silicio modificadas por aluminato conservan su elevada carga negativa de superficie hasta un valor de pH de 3, al contrario que el dióxido de silicio convencional no modificado. En el caso de dióxido de silicio no modificado la carga negativa de superficie disminuye cuando el valor del pH se reduce, normalmente hasta un valor del pH de aproximadamente 2, el cual representa el punto cero de carga para el dióxido de silicio no modificado. Así, la carga de superficie de las partículas de dióxido de silicio no modificado, en el caso de un valor del pH inferior a aproximadamente 8, es menor que el del dióxido de silicio modificado con aluminato. El valor del pH del dióxido de silicio modificado con aluminato se puede fijar adecuadamente, preferentemente mediante una resina intercambiadora de iones, a un valor del pH en el intervalo de 3 a 11, preferentemente aproximadamente de 4 a 10. El dióxido de silicio modificado con aluminato se puede concentrar a continuación para presentar un contenido de dióxido de silicio de aproximadamente 1 a 60% en peso. El procedimiento para la preparación del dióxido de silicio modificado con aluminato se describe, además, en "The Chemistry of Silica" de Ralph K. II, página 407-409, John Wiley & Sons, 1979 y en el documento U.S. 5,368,833.

Un procedimiento de preparación análogo se puede aplicar para el dióxido de silicio modificado con borato, especialmente sol de sílice modificado con borato.

50 En la preparación de soles de sílice modificados por aluminato o borato se llevan a cabo esencialmente las etapas de producción, desalcalinización del vidrio soluble mediante intercambio iónico, fijación y estabilización de los tamaños de partículas deseados en cada caso (distribución) de las partículas de SiO₂, fijación de la concentración de partículas de SiO₂ deseada en cada caso, y de la modificación por aluminato o borato de las partículas de SiO₂. En ninguna de estas etapas abandonan las partículas de SiO₂ el estado coloidal disuelto. Por ello se explica la presencia de las partículas primarias discretas.

El dióxido de silicio modificado con aluminato o borato presenta un contenido de aluminato o borato de 0,01 a 1,5 por cien en peso, de modo particularmente preferido de 0,05 a 1,0% en peso referido al peso total de SiO₂ en el dióxido de silicio no modificado.

El término módulo es conocido. Por módulo en un aglomerante de tipo silicato el experto en la materia entiende la relación molar (determinable analíticamente) de dióxido de silicio (SiO_2) y óxido de metal alcalino M_2O (M = litio, sodio o potasio) en la sustancia sólida del aglomerante.

Preferentemente, el dióxido de silicio modificado con aluminato o borato presenta un módulo de 4,2 a 6,5.

5 El producto de reacción puede contener también, adicionalmente, un medio para disminuir el punto de congelación, pudiendo ser el medio para la disminución del punto de congelación un alcohol monofuncional y/o polifuncional, seleccionado del grupo constituido por glicerina, glicol, azúcar, di- y poli-etilenglicol.

En el caso del elemento protector contra el calor conforme a la invención se trata preferentemente de un vidrio compuesto protector contra incendios.

10 En la presente invención, la(s) capa(s) protectora(s) se encuentra, respectivamente se encuentran en cada caso entre al menos dos elementos de soporte. Así, se pueden obtener estructuras tipo sándwich con una capa protectora entre dos elementos de soporte, pero también estructuras sándwich múltiples en un montaje alternativo de elementos de soporte y capas protectoras. Preferentemente, en cada caso se encuentran exteriormente elementos de soporte. Como elementos de soporte para el elemento translúcido protector contra el calor conforme a la
15 invención son adecuados elementos de vidrio, especialmente planchas de vidrio, respectivamente láminas de vidrio, pero también otros materiales con las propiedades ópticas deseadas, siempre que satisfagan las exigencias técnicas y físicas, por ejemplo de estabilidad frente al calor. Sin embargo, se prefieren particularmente los elementos de soporte de vidrio. Como material de soporte se puede utilizar también vidrio total o parcialmente templado térmica o químicamente.

20 Los elementos translúcidos protectores contra el calor conformes a la invención se pueden preparar conforme a la invención utilizando un producto de reacción que contiene una solución acuosa de un silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato, teniendo el producto de reacción un módulo de aproximadamente 4 a 7, de modo que este producto de reacción se introduce en el espacio hueco formado entre dos elementos de soporte o se deposita sobre un elemento de soporte y, a continuación, manteniendo el contenido de agua se endurece para dar
25 lugar a una capa sólida de silicato y, al mismo tiempo, en el silicato endurecido se fija la relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino (módulo) en una relación de 4:1 a 7:1.

El procedimiento conforme a la invención posibilita así la preparación de elementos compuestos, los cuales están constituidos por varios elementos de soporte dispuestos distanciados entre sí y, a continuación, el espacio hueco entre los elementos de soporte se llena por vertido con el producto de reacción y eventualmente con uno o varios endurecedores más tales como sol de sílice, ácidos inorgánicos u orgánicos, ésteres, amidas de ácido, glioxales, alquilencarbonatos, carbonatos alcalinos e hidrógenocarbonatos alcalinos, boratos, fosfatos, o para-formaldehídos. A causa del alto contenido de agua la masa tiene muy buena capacidad de fluencia y puede ser vertida también sin dificultad en los espacios huecos de los elementos compuestos con escasa separación entre los elementos de soporte. Puesto que el producto de reacción, sin secado, es decir sin evacuación de agua, endurece muy bien para
35 dar lugar a una capa de silicato acabada, se puede renunciar también a un proceso de secado, lo cual simplifica esencialmente la preparación de los correspondientes elementos protectores contra el calor. El tiempo de reacción, respectivamente de endurecimiento, se puede acelerar por calentamiento de manera en sí conocida. El tiempo en estado preparado del producto de reacción capaz de ser vertido es en cualquier caso a la temperatura ambiente lo suficientemente largo como para posibilitar un transcurso normal de producción. Tal como se ha descrito, en la
40 preparación de los elementos protectores contra el calor el producto de reacción con capacidad de vertido se puede introducir, respectivamente, verter en el espacio hueco formado entre al menos dos elementos de soporte. Sin embargo, también es posible depositar sobre un elemento de soporte el producto de reacción capaz de ser vertido y, a continuación, depositar encima un segundo elemento de soporte sobre la capa de soporte aún no endurecida, o pegar el segundo elemento de soporte con ésta después del endurecimiento de la capa de soporte, de manera
45 conocida. En el caso de la preparación de estructuras múltiples de tipo sándwich según la variante de la deposición del producto de reacción capaz de ser vertido sobre un elemento de soporte, tendría que repetirse múltiples veces el proceso citado en último lugar. Por lo tanto, para tales estructuras ofrece ventajas la variante del vertido en los correspondientes espacios huecos.

Preferentemente, antes de la elaboración el producto de reacción se desgasifica. Por ello se asegura que en la capa de silicato endurecida no existen inclusiones de gases, las cuales podrían perjudicar la calidad óptica del elemento protector contra el calor conforme a la invención. Si embargo, la desgasificación también se puede efectuar después de rellenar los espacios huecos. Para incrementar la adhesión de la capa de silicato a los elementos de soporte, antes de la elaboración se puede añadir al producto de reacción un coadyuvante en forma de tensoactivos aniónicos o no ionogénicos, y/o las superficies de los elementos de soporte se pueden tratar previamente con un agente de este tipo. Preferentemente, las superficies de los elementos de soporte también pueden haber sido tratadas
55 previamente con un inductor de adherencia, especialmente con un silano organofuncional y/o con dispersiones de cera.

La capa protectora preparada conforme a la invención de un silicato endurecido presenta una buena resistencia inherente y forma una buena adhesión con los elementos de soporte colindantes, preferentemente en forma de planchas de vidrio u otros elementos de construcción translúcidos. El producto de reacción utilizado como masa de
60 partida es capaz de fluir y se puede verter fácilmente. La capa protectora endurecida es de elevada calidad y

permeabilidad óptica y presenta una buena resistencia al envejecimiento. Las propiedades particulares de la capa protectora en la forma del silicato endurecido se consiguen, porque la capa de silicato presenta un contenido de dióxido de silicio entre 30 y 55% en peso. El contenido de óxido de metal alcalino en forma de óxido de sodio, óxido de potasio u óxido de litio o de una mezcla de ellos es como máximo 16%. La capa de silicato endurecida contiene hasta 60% de agua. Por ello, los elementos protectores contra el calor conformes a la invención con una capa protectora de este tipo alcanzan un valor muy elevado de resistencia al fuego, puesto que para el proceso de evaporación se dispone de una cantidad de agua relativamente grande. Conforme a la invención, la utilización de dióxido de silicio modificado con aluminato o borato lleva a un mejora de la resistencia al envejecimiento de la capa protectora.

De manera ventajosa, en un elemento translúcido protector contra el calor la capa protectora, respectivamente la capa de silicato, está dispuesta entre dos planchas de vidrio y forma con éstas un elemento compuesto. Para alcanzar mayores valores de resistencia contra el calor se forman elementos protectores contra el calor, en los cuales el elemento protector contra el calor se compone de varias capas de silicato dispuestas en cada caso entre dos planchas de vidrio, y las planchas de vidrio y las capas de polisilicato forman un elemento compuesto. En estas disposiciones conformes a la invención, las capas de silicato están en unión directa con las planchas de vidrio colindantes que forman los elementos de soporte.

La utilización de un producto de reacción que contiene una solución acuosa de silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato en capas protectoras de elementos translúcidos protectores contra el calor no ha sido descrita hasta el momento en la bibliografía en esta forma.

Otro objeto de la presente invención es, por lo tanto, una utilización de este tipo de un producto de reacción que contiene una solución acuosa de silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato, en al menos una capa protectora transparente, dispuesta entre dos elementos de soporte de un elemento protector contra el calor, caracterizada porque el producto de reacción presenta una relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino (módulo) de 4 a 7.

Los intervalos preferidos que se refieren al elemento translúcido de protección contra el calor conforme a la invención son aquí igualmente válidos.

Por ello, una utilización de este tipo es especialmente sorprendente, puesto que por el motivo citado al principio, una modificación por aluminato o borato de soles de sílice en una utilización de este tipo debería llevar, según lo esperado, más bien a una cristalización anticipada y, por consiguiente, al enturbiamiento de la capa protectora, en lugar de retrasarla.

Los siguientes ejemplos sirven únicamente como ilustración, a modo de ejemplo, de la invención y no se deben considerar como una limitación.

Ejemplos

Los productos de reacción, en lo sucesivo denominados masa para capa protectora contra incendios, se preparan por reacción de vidrios solubles de potasio con soles de sílice modificados por aluminato o borato.

Vidrios solubles de potasio con un módulo y contenido de sustancia sólida especiales, se pueden disponer comercialmente, pero también se pueden preparar, como se muestra a continuación, por reacción de soles de sílice con hidróxido de potasio.

Ejemplo 1: Preparación de vidrio soluble de potasio con un módulo de 2,25 y un contenido de sustancia sólida de 55% en peso

2460 g de lentejas de hidróxido de potasio comerciales, con un contenido de KOH de aproximadamente 86,5% en peso, se dispusieron previamente en un dispositivo de agitación con matraz de tres bocas de 6 litros, refrigerante y embudo de goteo, junto con 429 g de agua desionizada. El matraz de tres bocas se encontraba en un baño de agua. Bajo refrigeración se añadieron 5127 g de Levasil® 50/50% (superficie específica: aproximadamente 50 m²/g; contenido de sustancia sólida: aproximadamente 50,5% en peso; fabricante: H.C. Starck GmbH) de tal modo que se mantuvo una temperatura entre 60 y 80°C.

Después de la adición del sol de sílice se agitó aún durante 3 horas a 70°C.

Los precipitados formados como productos secundarios de la reacción se decantaron después de su sedimentación.

Ejemplo 2: Modificaciones por aluminato o borato de soles de sílice con una superficie específica de aproximadamente 50 m²/g y aproximadamente 50,5% en peso de contenido de sustancia sólida

El contenido de aluminato, respectivamente borato, se indica en % en peso calculado como Al₂O₃, respectivamente B₂O₃, referido al contenido de sustancia sólida del sol de sílice no modificado

Se prepararon por ejemplo soles con a) 0,64 y b) 0,32% en peso de Al₂O₃, respectivamente c) 0,22% en peso de B₂O₃, de la siguiente manera:

En un matraz de tres bocas con agitador, estufa a gas para exteriores, embudo de goteo y puente de destilación se dispusieron previamente 1000 g de Levasil® 50/50%. A ello se añadieron lentamente, gota a gota, a) 60 ml o b) 120 ml de una solución de 25 g de aluminato de sodio comercial en 500 ml de agua, respectivamente c) 79 ml de una solución de 5 g de tetraborato de sodio comercial y 6,6 g de una lejía de sodio al 10% en 250 g ml de agua.

- 5 Tras finalizar la adición las mezclas se calentaron y se separó por destilación tanta agua como para alcanzar nuevamente el contenido original de sustancia sólida.

Después, el puente de destilación se reemplazó por un refrigerante de reflujo, y la mezcla se calentó a reflujo hasta un tiempo total de ebullición de 3 horas.

- 10 Las partes insolubles formadas se dejaron depositar durante un espacio de tiempo de 24 horas y se separaron por subsiguiente decantación.

Ejemplo 3: Preparación de una masa para capa protectora contra incendios con un módulo de 4,7 de vidrio soluble de potasio y un sol de sílice modificado con aluminato con 0,32 % en peso de Al_2O_3 .

- 15 En un dispositivo de agitación con matraz de varias bocas de 250 ml, con boquillas de descarga de gases se dispusieron previamente 170,4 g de un vidrio soluble de potasio caracterizado como en el ejemplo 1, con 13,5 g de etilenglicol comercial. La mezcla se atemperó a 20°C mediante un baño de agua calentable.

En el espacio de 30 minutos se añadieron 116 g de un sol de sílice preparado conforme al ejemplo 2a) con 0,32% en peso de Al_2O_3 , 50 m²/g de superficie específica y 50,5% de contenido de sustancia sólida.

La mezcla de reacción se continuó agitando 1,5 horas más a 20°C. Después, en el espacio de 30 minutos se calentó a 40°C y esta temperatura se mantuvo durante 30 minutos.

- 20 Por cambio de agua del baño termostático se refrigeró a 20°C en el espacio de 15 minutos. A esta temperatura se siguió agitando 60 minutos más. Durante los últimos 20 minutos, a través de las boquillas de descarga de gas se adaptó un vacío por bomba de agua de aproximadamente 110 mbar.

De esta mezcla de reacción, mediante una pipeta con émbolo de vidrio se vertieron aproximadamente 60 ml en un frasco de vidrio de 100 ml, que se cerró con un tapón corona.

- 25 La muestra envasada se atemperó aproximadamente 20 horas a 80°C en horno de secado.

Después, se confirmó visualmente la ausencia de un precipitado de fondo como criterio de una reacción completa, así como con un adecuado fotómetro de turbidez (por ejemplo de tipo LTP 5 de la sociedad Lange) se midió una turbidez de 1,6 TE/F (unidades de turbidez referidas a formazina).

- 30 Después, se prosiguió el almacenamiento de la muestra a 80°C midiendo regularmente la turbidez, hasta que al cabo de 63 días se alcanzaron 3,5 TE/F, es decir que visualmente era reconocible una turbidez.

Ejemplo 4: Preparación de una masa para capa protectora contra incendios con un módulo de 4,7, de vidrio soluble de potasio y un sol de sílice modificado con aluminato con 0,64 % en peso de Al_2O_3 .

- 35 Conforme a la ejecución de la reacción descrita en el ejemplo 3, un sol de sílice preparado conforme al ejemplo 2b) se hizo reaccionar con 0,64% en peso de Al_2O_3 , de 50 m²/g de superficie específica y 50,5% de contenido de sustancia sólida.

Después de 20 horas de atemperado como se describe en el ejemplo 3, la muestra presentaba un enturbiamiento de 4,5 TE/F. Al completar la reacción el enturbiamiento se redujo a 2,1 TE/F después de 3 días.

Después de 83 días se comprobó un nuevo incremento del enturbiamiento a 3,5 TE/F-

- 40 **Ejemplo 5: Preparación de una masa para capa protectora contra incendios con un módulo de 4,7, de vidrio soluble de potasio y un sol de sílice modificado con borato con 0,22 % en peso de B_2O_3 .**

Conforme a la ejecución de la reacción descrita en el ejemplo 3, un sol de sílice preparado conforme al ejemplo 2c) se hizo reaccionar con 0,22% en peso de B_2O_3 , de 50 m²/g de superficie específica y 50,5% de contenido de sustancia sólida.

- 45 Después de 20 horas de atemperado como se describe en el ejemplo 3, la muestra presentaba en el fondo un sedimento y tenía un enturbiamiento de 2,2 TE/F.

El incremento de la turbidez a 3,5 TE/F se puso de manifestó al cabo de 25 días.

Ejemplo comparativo: Preparación de una masa para capa protectora contra incendios de vidrio soluble de potasio y un sol de sílice no modificado

- 50 Conforme a la ejecución de la reacción descrita en el ejemplo 3, se hizo reaccionar un sol de sílice no modificado con 50 m²/g de superficie específica y 50,5% de contenido de sustancia sólida.

ES 2 474 719 T3

Después de 20 horas de atemperado como se describe en el ejemplo 3, la muestra presentaba en el fondo un sedimento y tenía un enturbiamiento de 1,5 TE/F.

El incremento de la turbidez a 3,5 TE/F se puso de manifestó al cabo de 20 días.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Elemento translúcido de protección contra el calor con al menos dos elementos de soporte y al menos una capa protectora transparente dispuesta entre dos elementos de soporte, la cual comprende un producto de reacción que contiene una solución acuosa de silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato, caracterizado porque el producto de reacción presenta una relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino de 4 a 7.
- 2.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme a la reivindicación 1, caracterizado porque el dióxido de silicio se selecciona del grupo constituido por sol de sílice, dióxido de silicio de precipitación, gel de sílice o dióxido de silicio pirogénico.
- 10 **3.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme a la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque el dióxido de silicio es un sol de sílice.
- 4.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme al menos a una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el dióxido de silicio presenta un contenido de aluminato o de borato de 0,01 a 2,0% en peso, referido al peso total de SiO_2 en el dióxido de silicio no modificado.
- 15 **5.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme a la reivindicación 1, caracterizado porque la solución acuosa de silicato alcalino es vidrio soluble.
- 6.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme al menos a una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el producto de reacción presenta una relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino de 4,2 a 6,5.
- 20 **7.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme a una de las reivindicaciones 1 - 6, caracterizado porque el producto de reacción contiene, además, un agente para la disminución del punto de congelación.
- 8.** Elemento translúcido de protección contra el calor conforme al menos a una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el protector contra el calor es un vidrio compuesto protector contra incendios.
- 25 **9.** Procedimiento para la preparación de un elemento translúcido protector contra el calor conforme a una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el producto de reacción se introduce en el espacio hueco formado entre dos elementos de soporte o se deposita sobre un elemento de soporte, a continuación manteniendo el contenido de agua se endurece para dar lugar a una capa sólida de silicato y, al mismo tiempo, en el silicato endurecido se fija la relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino de 4:1 a 7:1.
- 30 **10.** Procedimiento conforme a la reivindicación 9, caracterizado porque las superficies de los elementos de soporte se tratan previamente con un inductor de adherencia en forma de un silano organofuncional y/o dispersiones de cera.
- 11.** Utilización de un producto de reacción que contiene una solución acuosa de un silicato alcalino y dióxido de silicio modificado con aluminato o borato en al menos una capa protectora transparente dispuesta entre dos elementos de soporte de un elemento protector contra el calor, caracterizada porque el producto de reacción presenta una relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino de 4 a 7.
- 35 **12.** Utilización conforme a la reivindicación 11, caracterizada porque el producto de reacción presenta una relación molar de dióxido de silicio a óxido de metal alcalino de 4,2 a 6,5.
- 13.** Utilización conforme a la reivindicación 11 o 12, caracterizada porque el dióxido de silicio presenta un contenido de aluminato o de borato de 0,01 a 1,5% en peso, preferentemente de 0,05 a 1,0% en peso referido al peso total de SiO_2 en el dióxido de silicio no modificado.
- 40 **14.** Utilización conforme al menos a una de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado porque el elemento protector contra el calor es un vidrio compuesto protector contra incendios.